

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
—  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
—  
PARIS  
—

①1 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

**2 606 282**

②1 N° d'enregistrement national :

**86 15663**

⑤1 Int Cl<sup>4</sup> : A 61 L 25/00; A 61 K 6/06 // C 04 B 7/32,  
12/02.

⑫

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 12 novembre 1986.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la  
demande : BOPI « Brevets » n° 19 du 13 mai 1988.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-  
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : *ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE  
CERAMIQUE INDUSTRIELLE. — FR.*

⑦2 Inventeur(s) : Gérard Braichotte ; Marcel Selman.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Office Picard.

⑤4 Composition durcissable pour le comblement des cavités osseuses.

⑤7 L'invention concerne une composition pour le comblement  
des cavités osseuses.

La composition durcissable utilisable pour le comblement  
des cavités osseuses comprend au moins deux composants  
constitués par une poudre d'alumine ou d'apatite comprenant  
des particules ou un mélange de particules ayant un histo-  
gramme de répartition de dimension serré autour d'une à trois  
valeurs comprises entre 250 et 1.500  $\mu$ m, d'une part, et un  
liant, d'autre part.

Application notamment en chirurgie dentaire.

FR 2 606 282 - A1

D

La présente invention concerne une composition et un procédé pour le comblement de cavités osseuses, utilisables notamment en chirurgie dentaire.

En chirurgie dentaire, des cavités alvéolaires peuvent  
5 résulter de processus physiologique, variable suivant les individus, ou pathologique, répondant à des atteintes de l'organe dentaire (par exemple l'extraction d'une dent) ou du desmodonte (par exemple une parodontolyse ou une pyorrhée). Ces processus peuvent parfois être combinés. La perte du volume osseux est  
10 irréversible, et, de plus, la perte de l'organe dentaire entraîne d'une manière générale la lyse de son organe de soutien, l'os alvéolaire.

On a donc cherché à mettre au point des compositions permettant de combler ou obturer les cavités formées dans les os  
15 alvéolaires, après élimination le cas échéant des tissus dentaires altérés. Ainsi on peut par exemple utiliser un ciment composite, constitué d'une résine acrylique dans laquelle sont incorporées des charges de renforcement telles que de la silice ou du quartz. Un tel ciment est appliqué après préparation de la  
20 cavité, et son durcissement par polymérisation peut s'effectuer soit spontanément, par suite du mélange de ses composants, soit par irradiation.

Un ciment pour l'obturation d'une cavité osseuse, par exemple après extraction d'une dent, ou en chirurgie réparatrice, doit posséder diverses qualités pour être utilisable en  
25 pratique. Les ciments doivent bien entendu être biocompatibles et pouvoir être facilement mis en forme pour combler de manière appropriée la cavité. Il est également nécessaire qu'ils durcissent en un temps relativement court, de l'ordre de quelques  
30 minutes, et au maximum quelques heures, et présentent ensuite une bonne résistance mécanique. Enfin, il est avantageux qu'ils puissent conserver une certaine porosité permettant une ostéosynthèse.

La présente invention a pour objet une nouvelle composition  
35 utilisable pour le comblement des cavités osseuses, notamment en chirurgie dentaire.

L'invention a plus particulièrement pour objet une composition durcissable de comblement chirurgical répondant aux conditions ci-dessus, ainsi qu'un procédé pour combler une cavité osseuse, permettant le cas échéant l'induction d'une ostéosynthèse.

5 La nouvelle composition pour le comblement des cavités osseuses conforme à la présente invention comprend au moins deux composants constitués par une poudre d'alumine ou d'apatite comprenant des particules ou un mélange de particules ayant un histogramme de répartition de dimension serré autour d'une à trois  
10 valeurs comprises entre 250 et 1.500  $\mu\text{m}$ , d'une part et un liant, d'autre part.

La poudre d'alumine utilisée dans l'invention constitue une charge neutre et comprend des particules dont l'histogramme de répartition de dimension est serré autour d'une à trois valeurs  
15 comprises entre 250 et 1.500  $\mu\text{m}$ . Conformément à l'invention, il est important que la dimension des particules ne soit pas dispersée dans le domaine ci-dessus; au contraire la poudre d'alumine est, soit une poudre monodispersée, dont les particules ont une dimension proche d'une valeur moyenne comprise  
20 entre 250 et 1.500  $\mu\text{m}$ , soit un mélange de deux ou trois poudres monodispersées ayant chacune une dimension moyenne comprise entre 250 et 1.500  $\mu\text{m}$ .

Comme indiqué ci-dessus, la répartition granulométrique de la poudre d'alumine ou d'apatite utilisée dans l'invention doit  
25 répondre à des conditions particulières tandis que la valeur moyenne de la dimension des particules peut varier entre les valeurs précitées, suivant les résultats recherchés. Il peut s'avérer avantageux d'utiliser plusieurs poudres d'alumine dont la taille des particules présente une faible dispersion autour  
30 d'une valeur moyenne. Par exemple la poudre d'alumine peut contenir trois types de grains dont la taille moyenne est d'environ 250  $\mu\text{m}$ , 850  $\mu\text{m}$  et 1.500  $\mu\text{m}$ , respectivement, la dispersion étant inférieure à 15%, et de préférence 10% autour de  
35 chacune de ces valeurs moyennes. Il est particulièrement avantageux que la poudre d'alumine ou d'apatite comprenne trois groupes de particules de dimensions différentes, les particules

de dimension intermédiaire représentant 20% environ du poids total de la poudre, et les deux autres groupes de particules environ 40% chacun.

L'apatite utilisée dans l'invention peut être par exemple de l'hydroxyapatite  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ , de l'apatite fluorée  $\text{Ca}_4(\text{CaF})(\text{PO}_4)_3$  ou encore de l'apatite chlorée  $\text{Ca}_4(\text{CaCl})(\text{PO}_4)_3$ . On utilise une apatite ayant la même granulométrie que celle de l'alumine, indiquée ci-dessus.

En raison de l'application dans le domaine médical, il est préférable que l'alumine ou l'apatite soit d'une grande pureté.

Suivant une forme préférentielle de réalisation de l'invention, on utilise une poudre d'alumine dont les particules ont une forme sphérique ou pratiquement sphérique, c'est-à-dire que la section d'un grain d'alumine est circulaire, ou légèrement ovale, ou constituée par un polygone de forme générale voisine d'un cercle.

Le liant peut être un liant hydraulique, organique, une résine, etc. On peut utiliser par exemple un ciment alumineux tel que le Secar 80 ou le Secar 70 (Ciments Lafarge, France), de l'oxyde de zinc, un polymère tel qu'un polyméthacrylate (par exemple le polyméthacrylate de méthyle), ou un ciment tel qu'un ciment à os "CMW" (CMW Labs. Gde Bretagne).

La quantité de liant utilisée peut varier en fonction de la nature des composants utilisés et des résultats recherchés. Le liant peut représenter 10 à 75% du poids total de la composition, et de préférence 20 à 40% environ.

Conformément au procédé de la présente invention pour préparer un matériau susceptible de combler une cavité osseuse, ou de se substituer à un os ou un fragment osseux, au moyen d'une composition durcissable, on mélange intimement la charge neutre constituée par la poudre d'alumine ou d'apatite comprenant des particules ou un mélange de particules ayant un histogramme de répartition de dimension serré autour d'une à trois valeurs, on ajoute une quantité de liquide suffisante pour former une pâte fluide, on applique cette pâte fluide dans la cavité osseuse préalablement nettoyée ou dans un moule approprié, en donnant à sa surface externe la forme voulue, puis on laisse durcir.

Le liquide utilisé pour former la pâte fluide est choisi en fonction du liant. Par exemple dans le cas d'un liant hydraulique tel qu'un ciment alumineux, on peut ajouter de l'eau bidistillée à la composition suivant l'invention. On peut également  
5 utiliser une solution aqueuse d'eugénol, ou toute autre solution adaptée au liant. Le rapport pondéral du mélange de poudre d'alumine et de liant à la solution ajoutée est généralement compris entre 2/1 et 5/1, mais il peut être ajusté selon la consistance voulue de la pâte fluide.

10 On obtient ainsi un matériau solide, après durcissement, possédant une excellente résistance mécanique en compression, généralement supérieure à 2 MPa, voire supérieure à 10 MPa selon la composition, présentant une porosité globale comprise entre 8 et 30% environ, le diamètre moyen des pores étant compris entre  
15 20 et 500  $\mu\text{m}$ .

Il est possible d'obtenir une porosité déterminée et de choisir le diamètre moyen des pores en fonction de l'utilisation particulière de la composition, ou de la nature du support osseux. Ainsi, pour une obturation dans un os relativement dur,  
20 il est avantageux que le diamètre des pores dans le matériau durci soit de 50 à 150  $\mu\text{m}$  environ; au contraire, dans le cas d'un support osseux plus léger, le diamètre des pores peut-être de l'ordre de 200 à 500  $\mu\text{m}$ . Il peut également être avantageux que les pores formés aient des dimensions non uniformes, variant  
25 autour d'une valeur moyenne, par exemple variant entre 200 et 300  $\mu\text{m}$ .

Le diamètre des pores peut être mesuré au moyen d'un microscope électronique à balayage, et la porosité globale est évaluée par mesure de densité, par une méthode classique d'im-  
30 mersion.

Comme indiqué précédemment, les compositions conformes à la présente invention possèdent des propriétés de facilité de mise en forme, de rapidité de durcissement, de résistance mécanique après durcissement, et de biocompatibilité, permettant leur  
35 utilisation pour le comblement d'une cavité alvéolaire en chirurgie dentaire, par exemple après extraction d'une dent, ainsi que, plus généralement en chirurgie réparatrice, pour la restau-

ration du délabrement osseux. De plus, les propriétés de porosité du matériau après durcissement permettent l'induction d'une ostéosynthèse.

Des exemples de compositions conformes à la présente invention sont décrits ci-après. Bien entendu, l'invention ne doit pas être considérée comme s'y limitant.

#### EXEMPLE 1

On mélange intimement dans un mortier une poudre de ciment alumineux SECAR 80 (Lafarge) et une poudre d'alumine comprenant un mélange de 40% de particules de diamètre moyen égal à 300  $\mu\text{m}$  (dispersion 15%), 20% de particules de diamètre moyen égal à 700  $\mu\text{m}$  (dispersion 15%), et 40% de particules de diamètre moyen égal à 1.500  $\mu\text{m}$  (dispersion 10%).

La forme des particules, observée au microscope, est sensiblement sphérique. On prépare cinq échantillons en utilisant respectivement 40, 50, 70 et 80g de poudre d'alumine pour 100g de ciment alumineux.

On ajoute à 5g du mélange ci-dessus 2 ml d'eau environ en remuant avec une spatule jusqu'à obtenir une pâte fluide. La pâte fluide ainsi préparée est placée dans un récipient cylindrique et on laisse durcir pendant 20 minutes environ. On ne constate aucun échauffement au cours du durcissement.

On mesure par une méthode usuelle la résistance mécanique en compression, la porosité et le diamètre des pores de l'échantillon ainsi préparé. La résistance mécanique est mesurée en compression sur un orthocylindre de diamètre égal à 10 mm, et la porosité par la méthode d'immersion dans l'eau.

Ces mesures montrent que la résistance mécanique en compression est comprise entre 7 et 8MPa lorsque le rapport pondéral de la poudre d'alumine au ciment est inférieur à 70%. Lorsque ce rapport est supérieur ou égal à cette valeur, la résistance mécanique se dégrade.

Le diamètre moyen des pores est de 300  $\mu\text{m}$  dans le cas de l'alumine ci-dessus, les valeurs des diamètres étant dispersées entre 50 et 500  $\mu\text{m}$ .

Des résultats équivalents sont obtenus en utilisant une poudre d'alumine de granulométrie différente, tout en restant

dans le domaine de l'invention, par exemple un mélange de particules de diamètre moyen égal à 500  $\mu\text{m}$  (40%), 800  $\mu\text{m}$  (20%) et 900  $\mu\text{m}$  (40%), ou un mélange de particules de diamètre moyen égal à 500  $\mu\text{m}$  (50%) et 1.000  $\mu\text{m}$  (50%), la dispersion autour de ces valeurs moyennes étant inférieure à 10%, avec le même liant ou  
5 avec un autre ciment alumineux (SECAR 70), mélangés dans les mêmes proportions.

#### EXEMPLE 2

On prépare dans des capsules trois mélanges d'une poudre  
10 d'alumine de composition indiquée ci-après avec une poudre d'oxyde de zinc dans un rapport pondéral  $\text{ZnO}/\text{Al}_2\text{O}_3$  égal à 1/3, 1/1 et 3/1, respectivement.

La poudre d'alumine est constituée par un mélange de 40%  
15 de particules de diamètre moyen égal à 200  $\mu\text{m}$  (dispersion 10%), 20% de particules de diamètre moyen égal à 500  $\mu\text{m}$  (dispersion 10%) et 40% de particules de diamètre moyen égal à 900  $\mu\text{m}$  (dispersion 10%).

A 4g de chacun des mélanges ainsi obtenus, on ajoute 1,5ml  
20 d'une solution contenant 1ml d'eugénol et 0,5ml d'eau bidistillée, et on malaxe pendant 2 minutes environ.

Le mélange pâteux ainsi obtenu est placé dans un récipient cylindrique et on laisse durcir pendant une heure environ. On effectue ensuite les mêmes mesures de résistance mécanique et de porosité que dans l'exemple 1.

25 De la même façon que ci-dessus on prépare trois mélanges de poudres dans les mêmes proportions, mais la pâte fluide est obtenue en ajoutant 1,5 ml de la même solution à 5g de mélange de poudres. On laisse durcir comme ci-dessus, puis on effectue les mêmes mesures.

30 Six autres échantillons sont préparés à partir de mélanges de poudre d'alumine A, B et C décrits ci-dessous respectivement, et d'oxyde de zinc dans un rapport pondéral 1/3 et 3/1 respectivement, en ajoutant à chaque fois la même solution à 4,5g du mélange de poudres.

35 Les diamètres des particules des poudres A, B et C sont les suivants : poudre A : 300  $\mu\text{m}$  (40%), 600  $\mu\text{m}$  (20%) et 1.200  $\mu\text{m}$

(40%); poudre B : 400  $\mu\text{m}$  (50%) et 700  $\mu\text{m}$  (50%); poudre C : 600  $\mu\text{m}$  (100%).

La résistance mécanique en compression est comprise entre 1 et 2 MPa pour tous les échantillons préparés, la porosité globale est voisine de 20% et le diamètre des pores est compris entre 20 et 300 $\mu\text{m}$  selon l'alumine utilisée.

### EXEMPLE 3

On procède comme dans l'exemple 1 en utilisant la même poudre d'alumine et une résine de polyméthacrylate de méthyle (DURALAY) sous forme de poudre (dimension des particules : 500  $\mu\text{m}$ , dispersion : 10%) dans un rapport pondéral résine/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  égal à 1/3, 1/1 et 3/1 respectivement, pour préparer trois échantillons de composition durcissable.

A 5g de chacun de ces échantillons, on ajoute 2ml de monométhacrylate environ, et on malaxe pour obtenir une pâte fluide que l'on place dans un moule cylindrique. On laisse durcir pendant 30 minutes environ.

En procédant comme ci-dessus, mais en utilisant deux poudres d'alumine identiques aux poudres B et C de l'exemple 2, respectivement, le rapport pondéral résine / $\text{Al}_2\text{O}_3$  étant le même que ci-dessus, on prépare 6 échantillons supplémentaires.

Les mesures des propriétés des échantillons après durcissement sont effectuées comme indiqué dans l'exemple 1.

La résistance mécanique pour tous les échantillons est comprise entre 7 et 10MPa. La porosité globale varie de 8 à 12% et le diamètre des pores est compris entre 25 et 100 $\mu\text{m}$ .

### EXEMPLE 4

On procède comme dans l'exemple 3, en utilisant les mêmes poudres d'alumine, mais en remplaçant la résine DURALAY par une résine OPTOSIL PLUS.

La résistance mécanique des échantillons est comprise entre 1 et 2MPa, la porosité globale varie de 5 à 15% et le diamètre des pores est voisin de 50 $\mu\text{m}$ .



EXEMPLE 5

On procède comme dans l'exemple 1 en utilisant la même poudre d'alumine et un ciment chirurgical à base de polyméthacrylate de méthyle (ciment à os CMW), et en mélangeant  
5 la poudre d'alumine et la poudre de ciment chirurgical dans des rapports pondéraux alumine/ciment de 1/3, 1/1, 3/1, 1/4 et 1/9, respectivement.

On prépare ensuite une pâte fluide en malaxant 5g de chacune des compositions ci-dessus avec 2ml environ de liquide CMW.  
10 On laisse ensuite durcir une heure environ dans un moule cylindrique, puis on mesure la résistance mécanique comme indiqué dans l'exemple 1.

Des échantillons complémentaires sont préparés de la même façon à partir d'alumines identiques aux poudres B et C de  
15 l'exemple 2.

On constate que tous les échantillons testés présentent une excellente résistance mécanique à la compression, comprise entre 8 et 15MPa.

EXEMPLE 6

20 On prépare une composition durcissable en opérant comme dans l'exemple 1, mais en remplaçant la poudre d'alumine par une poudre d'hydroxyapatite ayant les mêmes caractéristiques granulométriques.

On obtient, après durcissement, un ciment poreux dont les  
25 pores ont un diamètre moyen égal à 500 µm.

## REVENDECATIONS

1. Composition durcissable utilisable pour le comblement des cavités osseuses caractérisée en ce qu'elle comprend au moins deux composants constitués par une poudre d'alumine ou d'apatite comprenant des particules ou un mélange de particules ayant un histogramme de répartition de dimension serré autour d'une à trois valeurs comprises entre 250 et 1.500  $\mu\text{m}$ , d'une part, et un liant, d'autre part.
2. Composition durcissable selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'apatite est l'apatite fluorée, l'apatite chlorée, ou l'hydroxyapatite.
3. Composition durcissable selon la revendication 1, caractérisée en ce que les particules d'alumine sont de forme sphérique ou pratiquement sphérique.
4. Composition durcissable selon la revendication 1, caractérisée en ce que la poudre d'alumine ou d'apatite comprend trois groupes de particules de dimensions différentes.
5. Composition durcissable selon la revendication 4, caractérisée en ce que les particules de dimension intermédiaire représentent 20% environ du poids total de la poudre, et les deux autres groupes de particules 40% environ chacun.
6. Composition durcissable selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que le diamètre des particules présente une dispersion autour de la valeur moyenne inférieure à 15%.
7. Composition durcissable selon la revendication 1, caractérisée en ce que le liant est choisi parmi un ciment alumineux, l'oxyde de zinc et le polyméthacrylate de méthyle.
8. Composition durcissable selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le poids du liant représente 10 à 75% du poids total de la composition.
9. Procédé pour préparer un matériau susceptible de combler une cavité osseuse au moyen d'une composition durcissable, caractérisé en ce qu'on mélange intimement une charge neutre constituée par une poudre d'alumine ou d'apatite comprenant des particules ou un mélange de particules ayant un histogramme de répartition de dimension serré autour d'une à trois valeurs

10

comprises entre 250 et 1.500  $\mu\text{m}$ , et un liant, on ajoute une  
quantité de liquide suffisante pour former une pâte fluide, on  
applique cette pâte fluide dans la cavité osseuse préalablement  
nettoyée ou dans un moule approprié, en donnant à sa surface  
5 externe la forme voulue, puis on laisse durcir.

10

15

20

25

30

35

**Hardenable composition for blocking-out bone cavities****Publication number:** FR2606282**Publication date:** 1988-05-13**Inventor:** BRAICHOTTE GERARD; SELMAN MARCEL**Applicant:** ECOLE NALE SUP CERAMIQUE INDLE (FR)**Classification:****- international:** **A61L24/00; A61L24/02; A61L24/00;** (IPC1-7):  
C04B7/32; C04B12/02; A61L25/00; A61K6/06**- European:** A61K6/033; A61L24/00R4E; A61L24/00R4K; A61L24/02**Application number:** FR19860015663 19861112**Priority number(s):** FR19860015663 19861112[Report a data error here](#)**Abstract of FR2606282**

The invention relates to a composition for blocking-out bone cavities. The hardenable composition which can be used for blocking-out bone cavities comprises at least two components consisting of an alumina or apatite powder comprising particles or a mixture of particles having a size distribution profile clustered around 1 to 3 values lying between 250 and 1,500  $\mu$ m, on the one hand, and a binder on the other hand. Application in particular in dental surgery.

.....  
Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide